

**Polymer/dye complex s for improved chroma in pigm nt-bas d ink jet inks**

Patent Number: EP0921166, B1  
Publication date: 1999-06-09  
Inventor(s): PEARLSTINE KATHRYN AMY (US)  
Applicant(s): DU PONT (US)  
Requested Patent: JP11246808  
Application Number: EP19980122257 19981123  
Priority Number(s): US19970986548 19971208  
IPC Classification: C09D11/02; C09B67/00  
EC Classification: C09B67/00M, C09B67/00B4, C09D11/00C2  
Equivalents: JP3046013B2, US5969033  
Cited Documents: EP0732382; EP0371627; EP0799870; WO9323795

**Abstract**

Aqueous ink jet inks with improved water fastness, smear fastness and improved chroma comprise an aqueous vehicle; a polymeric dispersant; and an insoluble colorant comprising an organic pigment having adsorbed thereon a dye/polymer complex.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-246808

(43) 公開日 平成11年(1999) 9 月14日

(51) IntCl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 9 D 11/00

C 0 9 D 11/00

B 4 1 M 5/00

B 4 1 M 5/00

E

審査請求 有 請求項の数12 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号

特願平10-348644

(22) 出願日

平成10年(1998)12月 8 日

(31) 優先権主張番号

0 8 / 9 8 6 , 5 4 8

(32) 優先日

1997年12月 8 日

(33) 優先権主張国

米国 (U S)

(71) 出願人 390023674

イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・  
アンド・カンパニー

E. I. DU PONT DE NEMO  
URS AND COMPANY

アメリカ合衆国、デラウェア州、ウィルミ  
ントン、マーケット・ストリート 1007

(72) 発明者 キャスリン アミー パールステイン

アメリカ合衆国 19810 デラウェア州

ウィルミントン ブランディーウッド ド  
ライブ 2134

(74) 代理人 弁理士 谷 義一 (外 2 名)

(54) 【発明の名称】 改良されたクロマのための染料／ポリマーコンプレックスを含む顔料をベースとするインクジェ  
ットインキ

(57) 【要約】

【課題】 改良された耐水性、汚れ耐性および改良され  
たクロマを有する水性インクジェットインキの提供。

【解決手段】 (a) 水性ビヒクルと、(b) その上に  
染料／ポリマーコンプレックスを吸着した有機顔料を含  
む不溶性着色剤と、(c) ポリマー分散剤とを含むこと  
を特徴とするインクジェットインキ。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (a) 水性ビヒクルと；

(b) その上に染料／ポリマーコンプレックスを吸着した有機顔料を含む不溶性着色剤と (c) ポリマー分散剤とを含むことを特徴とするインクジェットインキ。

【請求項 2】 前記染料が、前記ポリマーと共有結合していることを特徴とする請求項 1 に記載のインキ。

【請求項 3】 前記染料が、前記ポリマーとイオン結合していることを特徴とする請求項 1 に記載のインキ。

【請求項 4】 前記染料／ポリマーコンプレックスが、前記水性ビヒクルに不溶性であることを特徴とする請求項 1 に記載のインキ。

【請求項 5】 前記顔料が、インキ組成物全体の重量を基準として 0.1 から 15 重量%の量で存在することを特徴とする請求項 1 に記載のインキ。

【請求項 6】 前記染料／ポリマーコンプレックスが、前記着色剤の重量を基準として 0.02 から 40 重量%の量で存在することを特徴とする請求項 1 に記載のインキ。

【請求項 7】 前記染料／ポリマーコンプレックスが、ヒドロキシ、アミン、スルホナートおよびスルホン酸から選択される部分を含有するポリマーから調製されることを特徴とする請求項 1 に記載のインキ。

【請求項 8】 前記ポリマーが、ポリ（スチレンスルホナート、ナトリウム塩）、ポリ（スチレンスルホン酸）、ポリ（スチレンスルホン酸／無水マレイン酸）、ポリ（2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸／アクリル酸／アクリル酸メチル／メタクリル酸ベンジル／ETEGMA）、ポリ（スチレン／ジメチルアミノエチルメタクリレート／ヒドロキシエチルアクリレート）、ポリ（メタクリル酸ベンジル／ヒドロキシエチルアクリレート）およびポリ（メタクリル酸ベンジル／ジメチルアミノエチルメタクリレート）からなる群から選択されることを特徴とする請求項 7 に記載のインキ。

【請求項 9】 前記ポリマー分散剤が、構造化されたポリマーであることを特徴とする請求項 1 に記載のインキ。

【請求項 10】 前記ポリマー分散剤が、ブロックポリマーであることを特徴とする請求項 9 に記載のインキ。

【請求項 11】 前記ポリマー分散剤が、グラフトポリマーであることを特徴とする請求項 9 に記載のインキ。

【請求項 12】 前記水性ビヒクルが、水および少なくとも 1 つの水溶性有機溶剤の混合物であることを特徴とする請求項 1 に記載のインキ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、水性のインクジェットインキに関し、およびより詳細には、染料／ポリマーコンプレックス(dye/polymer complex)を含有しかつ改良されたクロマを有する水性インキに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 インクジェット印刷は、コンピュータにより発生されたような電子的信号に応じて情報を記録するためのノンインパクトの方法である。特にいわゆる“デスクトップ・パブリッシング”に関して、インクジェット印刷はますますポピュラーになってきている。なぜなら信頼性、比較的静かな運転、良好な印字品質とともに高い処理速度で、および低コストで、デジタルの入力から少量の印刷物を生成するその能力のためである。プリンター内で、電子的信号は、紙または透明フィルムのような基体上に堆積されるインキの小滴を生成する。サーマルまたはバブルジェットのドロップ・オン・デマンド(drop-on-demand)プリンタは特に成功しており、そしてオフィスおよび家庭におけるパーソナル・コンピュータのための出力デバイスとして広範な応用が見いだされている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 染料および顔料の双方が、インクジェットプリンター用のインキ着色剤として用いられてきている。しかし、染料ベースのインキは、顔料ベースのインキに比較して、いくつかの不利な点を有する。それらは通常は非常に水溶性であり、そして基体上で乾燥された後もそのままである。それらは水と接触することにより容易に再溶解し、そして流出した水にさらされたときには流れるであろう。また、染料の画像はフェルト・ペン・マーカーと接触した際に汚れる。加えて、それらは、顔料に比較して劣悪な光安定性を示し、そしてオフィスの蛍光灯照明の条件下でさえも褪色することが知られている。したがって、染料ベースのインクジェットインキは、耐水性およびより大きな光安定性を必要とする用途における使用に関して多くの場合に不適当である。

【0004】 しかし、顔料は改良された水および汚れ抵抗性および改良された光安定性を提供する。しかしながら、それらは、染料を用いることの主要な利点の 1 つである必要とされるクロマを持たない。

【0005】 したがって、良好な耐水性および汚れ抵抗性、改良された光安定性およびさらに良好なクロマを有する改良されたインキに対する必要性が存在する。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は：

(a) 水性ビヒクルと；

(b) その上に染料／ポリマーコンプレックスを吸着した有機顔料を含む不溶性着色剤と；

(c) ポリマー分散剤とを含むインクジェットインキを提供する。

## 【0007】

【発明の実施の形態】 本発明は、一般的にはインクジェットプリンター、特にサーマルプリンターにおける使用に特に適合したインクジェットインキ組成物を提供す

る。本質的には、インクジェットインキ組成物は、水性ビヒクル、その上に染料／ポリマーコンプレックスを吸着した有機顔料を含む不溶性着色剤、およびポリマー分散剤を含む。

#### 【0008】水性ビヒクル

水性ビヒクルは、水、または水と少なくとも1つの水溶性有機溶剤との混合物である。適切な混合物の選択は、望ましい表面張力および粘度、選択された着色剤、インキの乾燥時間、およびそのインキがその上に印刷される基体の種類のような具体的用途についての必要条件に依存する。適切な水溶性有機溶剤の代表的な例は米国特許第5,085,698号に開示されている。水とジエチレングリコールまたは2-ピロリドンのような窒素含有環式化合物との混合物が、水性ビヒクルとして好ましい。

【0009】水と水溶性溶剤との混合物の場合において、水性ビヒクルは通常約30%から約95%の水と、残り（すなわち70から5%）の水溶性溶剤を含有する。好ましい組成は、水性ビヒクルの総重量を基準として、およそ60%から約95%の水である。

【0010】インキ中の水性ビヒクルの量は、およそ70から99.8%の範囲内であり、有機顔料が選択されたときには、好ましくはインキの総重量を基準としておよそ94から99.8%であり；無機顔料が選択されたときには好ましくはおよそ25から99.8%であり；および染料が選択されたときには80から99.8%である。

#### 【0011】着色剤

着色剤は水性ビヒクル中で不溶性であり、そしてその上に染料／ポリマーコンプレックスを吸着した有機顔料を含む。好ましくは、その染料／ポリマーコンプレックスが水性ビヒクル中で不溶性である。

【0012】顔料は、水性ビヒクルに不溶性である。有用な顔料は、インキ組成物中の着色剤として典型的に用いられる種々の有機顔料を、単独または組み合わせで含む。顔料粒子は、インクジェット印刷デバイスを通して、とくに通常10ミクロンから50ミクロンの直径を有する噴出ノズルにおいて、インキの自由な流れを可能にするのに十分に小さい。粒子サイズは、インキの寿命の間ずっと重要である顔料分散の安定性にもまた影響を有する。微小粒子のブラウン運動は、粒子が沈降することを防止するのを助ける。小さな粒子を用いることは、最大の色の濃さについても望ましい。有用な粒子サイズの典型的な範囲はおよそ0.005ミクロンから15ミクロンである。好ましくは、顔料粒子サイズは0.005から5ミクロンの範囲にあるべきであり、最も好ましくは0.01から0.3ミクロンの範囲にあるべきである。

【0013】選択された顔料は、乾燥または湿潤形態において用いられる。たとえば、顔料は通常水性媒体中で

製造され、そして得られる顔料は水湿潤プレスケーキとして得られる。プレスケーキの形態において、顔料は、乾燥形態においてしているほどには凝集していない。したがって、水湿潤プレスケーキ形態中の顔料は、乾燥顔料からインキを調製するプロセスにおける程の脱凝集を必要としない。本発明を実施する際に用いてもよい代表的な商業的乾燥およびプレスケーキ顔料は、前述の米国特許第5,085,698号に開示されている。

【0014】インキは、いくつかの用途においては約30重量%までの顔料を含有してもよいが、一般的には総インキ組成物の0.1から15重量%、好ましくは0.1から8重量%の範囲内である。

【0015】染料／ポリマーコンプレックスは、ポリマーおよび染料を共通の溶剤に溶解し、そして混合して反応させることにより調製される。たとえば、コンプレックスは、ポリマーと染料の間の酸-塩基反応、荷電コンプレックスの形成、またはポリマーと染料の間の共有結合を形成する反応により、形成される。染料／ポリマーコンプレックスは溶剤から沈殿して不溶性コンプレックスを形成しても、または可溶性のままであってもよい。染料／ポリマーコンプレックスを形成するための有用な反応の例は：ポリマー上のアミン基と染料のスルホン酸またはスルホナート基との反応；スルホナートまたはスルホン酸基を含有するポリマーとアミン基を含有する塩基性染料との反応；反応性染料によるヒドロキシル基を含有するポリマーとの反応、を含む。

【0016】染料／ポリマーコンプレックスを調製する際に有用な染料は、アニオン性、カチオン性、両性、または非イオン性であってもよい。そのような染料は当該技術においてよく知られている。水溶液中で、アニオン染料は着色したアニオンを与え、およびカチオン染料は着色したカチオンを与える。典型的なアニオン染料は、イオン性部分としてカルボン酸またはスルホン酸基を含有し、かつ全ての酸性染料を包含する。カチオン染料は、通常第4級窒素基を含有し、かつ全ての塩基性染料を包含する。

【0017】本発明において最も有用なアニオン染料は、酸性染料(Acid dyes)、直接染料(Direct dyes)、食用染料(Food dyes)、媒染染料(Mordant dyes)、および反応性染料(Reactive dyes)である。アニオン染料は、典型的には、ニトロソ化合物、ニトロ化合物、アゾ化合物、スチルベン化合物、トリアリールメタン化合物、キサンテン化合物、キノリン化合物、チアゾール化合物、アジン化合物、オキサジン化合物、チアジン化合物、アミノケトン化合物、アントラキノン化合物、インジゴイド化合物、またはフタロシアニン化合物である。

【0018】本発明において最も有用なカチオン染料は、塩基性染料、および繊維のような基体の酸性部位と結合するように設計された媒染染料である。そのような染料の有用な種類は、中でも、アゾ化合物、ジフェニル

メタン化合物、トリアリールメタン類、キサンテン化合物、アクリジン化合物、キノリン化合物、メチンまたはポリメチン化合物、チアゾール化合物、インダミンまたはインドフェニル化合物、アジン化合物、オキサジン化合物およびチアジン化合物を含み、その全ては当該技術においてよく知られている。

【0019】染料／ポリマーコンプレックス中に用いられる染料の色および量は、主として選択の結果であり、そのインキを用いて達成される印刷物の望ましい色、染料の刺激純度(purity)およびその強さに主として依存している。低濃度の染料は、充分な色の鮮やかさを与えない可能性がある。高濃度は印字ヘッドの劣悪な性能または許容できない暗い色を与える可能性がある。染料は、インキの総重量を基準として、0.01から20重量%、好ましくは0.05から8重量%、および最も好ましくは0.1から2重量%で存在する。

【0020】染料／ポリマーコンプレックスを調製するのに有用なポリマーは、ヒドロキシ基、アミン基、スルホナート基、またはスルホン酸基を含有するポリマーを含む。いくつかの例は、ポリ(スチレンスルホナート、ナトリウム塩)、ポリ(スチレンスルホン酸)、ポリ(スチレンスルホン酸／無水マレイン酸)、ポリ(2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸／アクリル酸／アクリル酸メチル／メタクリル酸ベンジル／ETEGMA)、ポリ(スチレン／ジメチルアミノエチルメタクリレート／ヒドロキシエチルアクリレート)、ポリ(メタクリル酸ベンジル／ヒドロキシエチルアクリレート)、ポリ(メタクリル酸ベンジル／ジメチルアミノエチルメタクリレート)である。

【0021】染料／ポリマーコンプレックスは、インキの総重量を基準として0.02から40重量%、好ましくは0.2から4重量%の量で存在する。染料／ポリマーコンプレックスは顔料とさらに混合されて、インキのビヒクルに不溶性である顔料／染料／ポリマーコンプレックスを形成する。

#### 【0022】分散剤

分散剤、好ましくはポリマー分散剤は、着色剤を分散するために用いられる。特に好ましいポリマー分散剤は、構造化されたポリマー(structured polymer)であり；すなわち、ブロックポリマー、分枝ポリマーおよびグラフトポリマーである。

【0023】有用なブロックポリマーは、米国特許第5,085,698号に開示されているABおよびBABブロック共重合体、および米国特許第5,519,085号に開示されたABCトリブロック共重合体を含む。いくつかの適切なグラフトポリマーは、米国特許第5,231,131号に開示されている。

【0024】ランダム共重合体は分散剤として用いることができるが、それらは一般的に顔料分散物を安定化することに関してブロックポリマーほど有効ではなく、従

って好ましくない。厳密に制御された分子量の範囲を有し、好ましくは1~3の多分散性(poly dispersivities)を有するランダムなインターポリマーは選択されてもよい。これらのポリマーは、容易にペン・ノズル(pen nozzle)に詰まるような高分子量のものを実質的に持たない。数平均分子量は、10,000原子質量単位未満、好ましくは6,000未満、最も好ましくは3,000未満でなければならない。これらのランダムポリマーは、ランダムに疎水性および親水性のモノマー単位を含有する。商業的なランダム分散剤ポリマーは容易にペン・ノズルを詰まらせる可能性がある。必要な分子量制御は、グループ・トランスファー重合技術を用いることにより得ることができるが、低分散性を実現する他の方法を用いてもよい。

【0025】ランダムポリマー中で用いられる疎水性モノマーのいくつかの例は、メタクリル酸メチル、メタクリル酸n-ブチル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ベンジル、メタクリル酸2-フェニルエチルおよび対応するアクリル酸エステルである。親水性モノマーの例は、メタクリル酸、アクリル酸、ジメチルアミノエチルアクリレート(またはメタクリレート)、およびそれらの塩である。さらに、ジメチルアミノエチルアクリレート(またはメタクリレート)の4級塩を用いてもよい。

#### 【0026】他の成分

インキ組成物は、微生物の成長を防止する殺生剤、重金属不純物の有害な効果を除去する金属イオン封鎖剤、湿潤剤、粘度調整剤、および当該技術において知られているようなインキ組成物の種々の性質を改良するために含まれてもよいポリマーのような、インクジェットインキ中において一般に用いられる添加剤を含有してもよい。

【0027】インキ組成物は、他のインクジェットインキ組成物と同一の方法で調製されてもよい。分散物は、選択された顔料(単数または複数)および染料／ポリマーコンプレックスを適切な溶剤とともに予備混合し、そして水性ビヒクル中でポリマー分散剤とともにその着色剤を分散することにより調製されてもよい。その分散工程は、水平ミニ・ミル(horizontal mini mill)中で、ボールミル中で、磨砕機中で、2本ロールミル中で、または少なくとも5000psiの液体圧力において液体ジェット相互作用チャンバー(liquid jet interaction chamber)内の複数のノズルをその混合物を通過させて水性ビヒクル中の着色剤粒子の均一な分散物を生成することにより達成されてもよい。追加の共溶剤が、分散工程中に存在してもよい。

#### 【0028】インキの性質

ジェット速度、液滴の分離距離(separation length)、一滴の大きさ、および流動安定性は、インキの表面張力および粘度に大きく影響される。インクジェット印刷システムにおける使用に適切な顔料化されたインクジェッ



トインキは、典型的には、20℃において、20cP以下の、好ましくは約1.0cPから約10.0cPの範囲の粘度を有する。そのインキは、広範な範囲の放出条件（すなわちサーマルインクジェット印刷システムの駆動電圧およびパルス幅、ドロップ・オン・デマンドまたはコンティニュアス・システムの双方におけるピエゾ素子の駆動周波数、およびノズルの形状および大きさ）に互換性のある物理的性質を有する。そのインキは、長期間にわたって優秀な貯蔵安定性を有し、かつインクジェット装置内で詰まらない。紙、布、フィルムなどの画像

## 用語集：

BZMA	メタクリル酸ベンジル
MAA	メタクリル酸
ETEGMA	エトキシトリエチレングリコールメタクリレート
MEK	メチルエチルケトン
AMPS	2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸
AA	アクリル酸
MA	アクリル酸メチル

ポリマー1： BZMA/MAA 13/10 A  
Bブロック共重合体

12リットルのフラスコに、メカニカル・スターラー、温度計、N<sub>2</sub> 吸気口、乾燥管排気口および滴下ロートを取りつけた。テトラヒドロフラン（THF）を3750gおよびp-キシレン7.4gをそのフラスコに装填した。触媒であるテトラブチルアンモニウムm-クロロ安息香酸塩（1.0Mのアセトニトリル溶液3.0ml）を次に添加した。開始剤である1,1-ビス（トリメチルシロキシ）-2-メチルプロペンを291.1g（1.25モル）を注入した。供給I [テトラブチルアンモニウムm-クロロ安息香酸塩、1.0Mのアセトニトリル溶液を3.0ml] を開始し、そして180分間にわたって添加した。供給II [メタクリル酸トリメチルシリルを1975g（12.5モル）] を、0.0分から開始し、そして35分間にわたって添加した。（99%を超えるモノマーが反応した）供給IIIが完了して100分後に、供給III [メタクリル酸ベンジルを2860g（16.3モル）] を開始し、30分間にわたって添加した。400分において、720gのメタノールを上記溶液に添加して、蒸留を開始した。蒸留の最初の段階中に、1764.0gの物質が除去された。次に、追加の304.0gのメタノールを添加して、そしてさらに2255.0gの物質を蒸留して除去した。得られた溶液は固形分49.7%であり、そしてそのポリマーはM<sub>n</sub>=3,200の数平均分子量を有した。

【0031】 ポリマー2： AMPS/AA/MA/-g-BZMA/ETEGMA

10/10/50/-g-18/12グラフト共重合体

BZMA324g、ETEGMA216g、メチルエチルケトン（MEK）630g、およびジアクアピス（ポ

\* 記録材料上でのそのインキの定着は、迅速かつ確実に行うことができる。印刷されたインキ画像は、はっきりした色調、高濃度、優秀な耐水性および優秀な光堅牢度を有する。さらに、そのインキは、それが接触するインクジェット印刷システムのパーツを腐食せず、そしてそれは本質的に無臭かつ無毒性である。

【0029】

【実施例】 以下の実施例を示すが、本発明を限定するものではない。ここで、部および%は重量による。

\* 10 【0030】

20 ロンジフルオロジフェニルグリオキシマート）コバルト（I-I）（Co（DPG-BF<sub>2</sub>））0.1640gを、メカニカル・スターラー、温度計、N<sub>2</sub> 吸気口、および滴下ロートを取りつけた5リットルのフラスコに装填することにより、BZMA/ETEGMAの60/40マクロモノマーを調製した。反応混合物を還流温度（88℃）に加熱し、そしてMEK54gに溶解した5.4gのVAZO（登録商標）52を15分間にわたって供給した。添加終了後に、MEK46gに溶解した追加の16.2gのVAZO（登録商標）52を、BZMA756gおよびETEGMA504gのモノマー混合物とともに240分間にわたって添加した。その反応を、MEK26gに溶解した5.4gのVAZO（登録商標）52の添加により完了し、そして還流をさらに60分間にわたって維持した。その反応混合物は、名目上65%の固形分を有した。

30 【0032】 メカニカル・スターラー、温度計、N<sub>2</sub> 吸気口および滴下ロートを取り付けた2リットルのフラスコに、マクロモノマー溶液（上記）230.8gおよびメタノール335gを装填した。その溶液を加熱して還流させた（66℃）。2.5gのVAZO（登録商標）52をMEK5gに溶解した溶液を1回で添加した。次に、（1）アクリル酸メチル（MA）250gおよびアクリル酸（AA）50gと、（2）2-ピロリドン70gおよびメタノール70gに溶解した2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸（AMPS）50gと、（3）MEK25gに溶解した12.5gのVAZO（登録商標）52との混合物を、180分間にわたって送り込んだ。添加が完了した後に、MEK5gに溶解した追加の2.5gのVAZO（登録商標）52を、1回で添加した。その反応混合物を、さらに60分間にわたって還流温度に維持した。得られたポリマー溶液を、

次にKOHの45%水溶液30.06gを用いて100

\* %であった。

%中和した。最終的なポリマー溶液は、固形分51.2

\* 【0033】

ポリマー3: BZMA//DMAEMA/ETEGMA  
15//30/8 ABブロック共重合体

12リットルのフラスコに、メカニカル・スターラー、  
温度計、N<sub>2</sub> 吸気口、乾燥管排気口および滴下ロートを  
取りつけた。テトラヒドロフラン (THF) 4035g  
およびp-キシレン13.0gを、そのフラスコに装填  
した。触媒であるテトラブチルアンモニウムm-クロロ  
安息香酸塩の1.0Mアセトニトリル溶液2.4mlを  
次に添加した。開始剤である1-メトキシ-1-トリメ  
チルシロキシ-2-メチルプロペン84.7g (0.4  
87モル) を注入した。供給1 [2-ジメチルアミノエ  
チルメタクリレート (DMAEMA) 2278g (1  
4.5モル) およびエトキシトリエチレングリコールメ  
タクリレート (ETEGMA) 949.2g (3.86  
モル) ] を0.0分に開始し、そして60分間にわたつ

※て添加した。(99%を超えるモノマーが反応した) 供  
給1が完了して100分後に、供給11 [メタクリル酸  
ベンジル1275g (7.24モル) ] を開始し、そし  
て40分間にわたって添加した。その溶液は固形分6  
5.2%であり、およびそのポリマーは9,350の数  
平均分子量を有した。2-ピロリドン281.6gを、  
ポリマーのTHF溶液250.9gに添加した。そのT  
HFを蒸留して除去し、2-ピロリドン中に34.7%  
固形分を残した。

【0034】染料/ポリマーコンプレックス1: 以下の  
成分を混合し、そして攪拌した。

【0035】

※ 【表1】

成分	量 (g)
ポリマー2	391.2
Basozol (登録商標) Red 71LS (40%固形分), (BASF)	116.0
脱イオン水	1556.0

【0036】染料およびポリマーの沈殿物が形成され  
た。その沈殿物を洗浄して収集した。これは、70%の  
測定された固形分を有する250gの物質を与えた。

★ 成分を混合し、そして攪拌した。

【0038】

【表2】

【0037】染料/ポリマーコンプレックス2: 以下の

★

成分	量 (g)
ポリマー3	194.0
Acid Red52染料 (3.55%染料), (BASF)	700

【0039】その溶液を終夜で混合した。

☆ 【0041】

【0040】着色剤1: 以下の成分を混合して、2本ロ  
ール機で30分間にわたって粉碎した。

【表3】

☆

成分	量 (g)
染料/ポリマーコンプレックス1	79.9
Sunfast (登録商標) Red 122, Sun Chemical Corporation, Cincinnati, OH	112.0
2-ピロリドン	25.0
イソプロピルアルコール	60.0

【0042】生成した着色剤を148.4gのポリマー  
1と混合して、さらに30分間にわたって粉碎した。こ  
の物質109gを、45.5%KOH溶液11.3gお  
よび脱イオン (DI) 水479.7gと組み合わせて、  
適切な攪拌により溶解した。これが、固形分18.4%  
であり、かつ8%の顔料、5.4%の分散剤、および4  
%の染料/ポリマーコンプレックスを含む分散物 (“分

40 散物1”) を与えた。

【0043】着色剤2: 以下の成分を、高速分散機中で  
混合した。その混合物のpHを、KOHを用いて8.0  
に調整した。

【0044】

【表4】

成分	量 (g)
染料/ポリマーコンプレックス 2	894.0
Sunfast (登録商標) Red 122 プレスケーキ (49% 固形分), Sun Chemical Corporation, Cincinnati, OH	254.0
Surfynol (登録商標) 440 (Air Products and Chemicals, Inc., Allentown, PA)	0.3
脱イオン水	200.0

【0045】沈殿物を収集し、洗浄し、そして乾燥した。そのように生成した着色剤 120 g を、98 g のポリマー 1 および 35 g のジエチレングリコールと混合して、その混合物をさらに 30 分間にわたって粉碎した。この物質 136.4 g を 45.5% KOH 溶液 12.6 g および脱イオン (DI) 水 351 g と組み合わせて、適切な攪拌により溶解した。これが、固形分 18.4%

\* であり、かつ 9% の顔料、6.7% の分散剤、および 6.9% の染料/ポリマーコンプレックスを含む分散物 10 (“分散物 2”) を与えた。

【0046】(実施例 1) 以下の成分を混合することにより、インキを調製した。

【0047】

\* 【表 5】

成分	量 (g)
分散物 1	30.0
2-ピロリドン	2.4
Liponics (登録商標) EG-1 (Lipo Chemicals Co., Paterson, NJ)	1.2
ヘキシレングリコール	6.0
DI 水	20.4

【0048】そのインキを黒色ペンに充填することにより、そのインキを Hewlett-Packard 1200C プリンターを用いて印字し、そして染料/ポリマーコンプレックスを含有しないインキ (対照標準 #1) と比較した。そのインキは Champion Datacopy 紙 (Champion International Corporation, Stanford, CA) および Hammermill Gilbert bond 紙 (Mead Company, Dayton, OH) に印字した。各線の幅が 1/4 インチおよび 1/4 インチ間隔で離れた 5

※ 本の線の列を印字することにより、水堅牢度 (water fastness) を測定した。印字 15 分後に、そのテストパターン上に紙を 45° の角度に保持しながら 1 ミリリットルの水を滴らせた。その流出 (runoff) の光学濃度を第 3 の線と第 4 の線の間で測定した。

【0049】

【表 6】

インキ	紙	クロマ	水滴試験
実施例 1	Hammermill Gilbert Bond	64.0	0.043
	Champion Datacopy	58.3	
対照標準 1	Hammermill Gilbert Bond	60.6	0.282
	Champion Datacopy	50.3	

【0050】(実施例 2) 以下の成分を混合することにより、インキを調製した。

★ 【0051】

★ 【表 7】

成分	量 (g)
分散物 2	20.0
Liponics (登録商標) EG-1	6.0
ジエチレングリコール	5.0
Surfynol (登録商標) 465	0.2
DI 水	68.8

【0052】そのインキは、着色剤として 1.8% の顔料および 0.4% の染料を含有した。

【0053】対照標準として、2 つの他のインキを作成した。対照標準 #2 は着色剤として 1.8% の顔料を含有し、染料/ポリマーコンプレックスを持たないインキ

である。対照標準 #3 は着色剤として 1.8% の顔料および 0.4% の染料を含有するインキである。その染料は溶液で添加される。ポリマーコンプレックスはない。

【0054】そのインキを黒色ペンに充填することにより、そのインキを Hewlett-Packard 1200C プリンターを



用いて印字し、そして対照標準#2および#3と比較した。そのインキはChampion Data Copy紙に印字された。上記の水滴試験によって、水堅牢度を測定した。

【0055】

【表8】

インキ	クロマ	水滴試験
実施例2	56	0.110
対照標準2	50	0.250
対照標準3	67	0.250

【0056】

【発明の効果】本発明に従って、その上に染料／ポリマーコンプレックスを吸着した有機顔料を含む不溶性着色剤を用いることにより、良好なクロマを有し、かつ優秀な耐水性および光安定性を有する水性インクジェットインキを得ることができる。